# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

02-038541

(43)Date of publication of application: 07.02.1990

(51)Int.CI.

C22C 1/10 C22F 1/08

(21)Application number: 63-185986

(22)Date of filing:

26.07.1988

(71)Applicant: FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE

(72)Inventor: SUZUKI TAKUYA

ISHII TAKASHI

# (54) MANUFACTURE OF INTERNAL OXIDIZED COPPER ALLOY MATERIAL

### (57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture the title alloy material having excellent strength, elongation, etc., by preparing a plate-shaped copper alloy subjected to internal oxidation and surface reduction under specific conditions, coiling the alloy, inserting it into a metallic tube, subjecting the tube to vacuum-deaeration sealing and thereafter executing hot working thereto.

CONSTITUTION: A plate-shaped copper alloy of ≥1mm thickness contg. total 0.1 to 1wt.% of one or more kinds among AI, Zr and Be is heated to 130 to 460° C in an oxidizing atmosphere to oxidize the surface of the alloy. The alloy is furthermore heated to 700 to 900° C in an inert atmosphere to subject the alloy components to internal oxidation and is thereafter heated to 500 to 900° C in a reducing atmosphere to reduce the alloy surface layer. The plate-shaped copper alloy subjected to internal oxidation and having reduced surface layer is coiled into a core material, which is, as it is, inserted into a prescribed metallic tube (pute copper is preferably used); the edge part of the metallic tube is vacuum-sealed to execute hot working to the alloy into a desired shape. By this method, the internal oxidized copper alloy material having excellent characteristics of strength, elongation, etc., can be manufactured into a desired shape at low cost.

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

## ⑫ 公 開 特 許 公 報(A)

平2-38541

@Int. Cl. 5

識別配号

庁内整理番号

**@公開** 平成2年(1990)2月7日

C 22 C 1/10 C 22 F 1/08 K 7518-4K A 8015-4K

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

60発明の名称

内部酸化銅合金材の製造方法

②特 願 昭63-185986

②出 願 昭63(1988)7月26日

70発明者 鈴木

卓 哉

栃木県日光市清滝町500 古河電気工業株式会社日光事業

所内

クログ 発明 者 石

敞

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河電気工業株式

会社内

**加出 顋 人 古河電気工業株式会社** 

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

#### 明 輝 奪

井

- . 1. 発明の名称 内部酸化期合金材の製造方法
  - 2. 特許請求の範囲

A L、 Z r 及びB c のうちの少なくとも1種を 合計で B. i~ iwt%合有する厚さ 1 m以下の板状 網合金を酸化雰囲気中で130~460℃の温度 に加熱して前記板状調合金の表面層を酸化する工 程、前記表面層が酸化した板状壌合金を不活性な 囲気中で700~900℃の温度に加熱して前記 合金成分を内部酸化する工程、前記内部酸化した 板状綱合金を選元雰囲気中で500~900℃の 温度に加熱して前記板状期合金の表面層を選完す る工程、前記の内部酸化し表面層を還元した板状 調合金を芯材にコイル状に巻取り、このコイル状 調合金を芯材ごと所定の金属管内に押入し、次い でこの金属管の端部を真空密封する工程、前記コ イル状調合金を真空密封した金属管を所望形状に 热間加工する工程を順次施すことを特徴とする内 部酸化鋼合金材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

#### 〔産業上の利用分野〕

本発明は内部酸化調合金材の製造方法に関する。 [従来の技術]

内部酸化調合金は、酸素との観和力が調より大きいA &、 Z r、 B e 等の合金成分を散量合有する網合金を所定の酸化雰囲気中で加熱して上配合金成分を選択的に酸化させて酸化物となし、これを調マトリックス中に微細に分散させた調合金であり、この網合金は耐熱性及び導電性に使れている為電気部品等に用いられている。

このような内部酸化網合金を所留形状に加工する方法としては、従来よりA & 等を微量含有する網合金を所望形状の板又は線に加工し、この板又は線を内部酸化する方法、或いは上記網合金を粉体に加工し、これを内部酸化したのち、圧縮成形、焼結等の方法により所望形状に加工する方法、或いは上記網合金を箱等に加工し、これを内部酸化したのち微細片に切断し、この微細片を熱間押出したの方法により所望形状に加工する方法が用いられていた。

(発明が解決しようとする課題)

前記のような従来方法のうち、A & 、 2 r 、 B e 等を含有する網合金を所望形状の板又は線に加工し、これを内部酸化する方法は、内部酸化速度が酸素の拡散速度に律違されるため、上記網合金の板厚等が厚くなると中心部分まで内部酸化するのに長時間を要し、生産性が低下するばかりでなく、生成する酸化物粒子も粗大化し高い強度が得られないという問題があった。また粉体又は枯を内部酸化する方法は、粉体の製造又は内部酸化管を微細片に切断するのに高いコストがかかるという問題があった。

(課題を解決するための手段)

本発明はかかる状況に置みなされたものでその 目的とするところは、強度や仲び等の特性が優れ た内部酸化期合金を所望形状に低コストで製造し 得る内部酸化網合金材の製造方法を提供すること にある。

即ち本発明は、A.&、Zr及びBeのうちの少なくとも1粒を合計で0.1~1wl%含有する厚さ

1 ㎜以下の板状網合金を酸化雰囲気中で130~

本発明方法は、A & 、 Z r 、 B e 等の合金成分・を設量合有する確い抜状の調合金を酸化雰囲気中で加熱して、前配板状調合金の裏面層を酸化させ、次いでこの板状調合金を不活性ガス中で加熱して前配板状調合金裏面層の調酸化物を解離して酸素を遊離せしめ、この酸素を網マトリックス中に拡

3

飲させて前記合金成分を選択酸化して敬梱酸化物として網マトリックス中に分散せしめ、次いでこれを超元雰囲気中で加熱して前記板状網合金の投面層に残留している網酸化物を選元して内部酸化網合金とコイル状に整取り、これを金属管内に真空密封したのち、熱間加工により所望形状に加工して、内部酸化網合金材となすものである。

本発明方法において、内部酸化する網合金の合金成分をAr、2r及びBeのうちの少なくとも1種とした理由は、上配合金成分はいずれも酸素との観和力が大きく、生成する酸化物が微細に分布し強度的に優れたものが得られるためである。 又上配合金成分を合計で0.1~1 mt %に限定した理由は、0.1 mt %未満では十分な強度が得られず、又1 wt %を超えると内部酸化に長時間を要し生産性に劣るためである。

本発明方法において、板状調合金の製面酸化温度を130~460℃に限定した理由は、130 で未満では製面酸化に長時間を要し、又460℃ を超えると酸化層が熱くなり酸化層が剝離してしまう為である。又内部酸化温度を700~800 でに限定した理由は、700で未満では内部酸化 に長時間を要し生産性に劣り、又900でを超え ると生成する酸化物が相大化し高い強度が得られ

なくなるためである。

本発明方法において、表面酸化及び内部酸化時間は、それぞれの加熱温度又は合金成分濃度等によって適宜選定されるもので、本発明の加熱温度範囲及び合金成分濃度範囲にあっては、要面酸化及び内部酸化の時間はそれぞれ0.1~0.3時間程度が好ましい。

本発明方法において板状網合金の厚さを1m以下に限定した理由は、1mを超えると内部酸化するのに長時間を要するばかりでなく、剛性が大きくなって絶取りが困難になるためである。

本発明方法において、遠元処理温度を500~ 900での温度に限定した理由は、500℃未満では還元するのに長時間を要し、又900℃を超えると結晶粒が粗大化して朝性に劣るようになる

4.

ためである。

本発明方法において、板状鋼合金をコイル状に 巻取る芯材及び上記コイル状鋼合金を押入する金 鷹管に純鋼を用いると、後の熱間加工工程におい て反応して板状鋼合金を変質させるようなことが なく、又純鋼は変形抵抗が小さいので艶間加工が 容易になされる。更に、熱間加工により製出され る内部酸化調合金材は、高強度の内部酸化銅合金 が軟質材に包囲された構造となり、伸びや柔軟性 に優れたものとなる。

本発明方法において板状網合金の表面酸化、内 部酸化、酸化表面層環元、 巻取りの各工程を連続 して行うと生塵性が向上し、コスト低城の一助と なるものである。

#### (作用)

本発明においては、1m以下の板状の希護網合金を内部酸化するので内部酸化に要する時間が短くてすむ上、生成する酸化物粒子も均一機都に分布した内部酸化網合金が得られ、又この内部酸化網合金をコイル状に巻取って金属管に挿入しこの

7

れを厚さ120mmのインゴットに締造し、次いでこのインゴットを10mm厚さに熱間圧延したのち片面0.2mmづつ面削し、次いで冷間加工により0.25mm の板材となした。

而してこの板状調合金を 5 0 0 mm 巾にスリックーしたのち、 3 5 0 でに保持した大気炉中を 0. 1 時間走行させて、上記板状調合金の表面層を酸化し、引続き速統して 9 0 0 でに保持した A r 雰囲気の炉中を穏々時間走行させて内部酸化させ、次いで上記の内部酸化した板状期合金を 8 0 0 でに保持した C O ー N。 混合がス雰囲気が内を 2 0 分間走行させて前記板状調合金の酸化表面層を選元したのち、これを直径 2 0 mmの間芯上に巻き取って外経 1 3 0 mmのコイル状となした。

しかるのち上記コイルを芯ごと外経200mm内径192mmの開管に挿入し関端を飼円板にて電子ビーム溶接により真空密封し、次いでこれを900でで熱間押出しして45mmがの棒材となし、次いでこの棒材を5mmがの線材に冷間で引抜加工し、

金属管を真空脱気密封後熱間加工するので、任意 の形状の、強度等の特性に優れた内部酸化調合金 材を製造することができる。

又内部酸化により生成する酸化物粒子は、合金 成分の酸素との親和力が大きいもの程、板厚が薄い程、内部酸化温度が低い程、鋼マトリックス中 に微細に分散し、又合金成分濃度が高い程高密度 に分散するものであり、従って本発明方法においては、合金成分とその濃度、板状網合金の厚さ、及び内部酸化温度を適宜避定することにより内部 酸化網合金材の效度等は広い範囲で変化させることができる。

更に内部酸化時間等をコントロールして内部酸 化圏を強くして内部酸化しない部分を残すように すると強度と観性等のバランスを確々変化させる ことができる。

#### (実施例)

以下に本発明を実施例により詳細に説明する。 実施例1

AlをO.48wt%含有する網合金を溶解し、こ

8

#### H: 較何 i

実施例1で用いたと同じ網合金の厚さ10mの 熱間圧延材から9mかの丸棒を切り出し、これを 冷間引抜加工して5.0mか及び1.0mかの線材と なした。而して上記線材を実施例1と同じ方法に より表面酸化、内部酸化、酸化表面層運元の各工 程を順次施して内部酸化網合金材となした。

斯くの如くして得た各々の内部酸化調合金材に ついて600℃1時間焼鈍後の硬度、引張強さ、 伸び、準電率を測定した。 結果は主な製造条件及 び内部酸化薬さを併記して第1表に示した。

### 特開平 2-38541(4)

第1 表より明らかなように本発明方法品(1.2)は、比較方法品(3.4)に較べて、硬度、引張強さ、伸び、導電率のすべての特性において 優れた値を示している。

比較方法品のうち、No3 は線径が太いため内部 酸化層が表面部分に限られ、その結果引張強さ導 電率が特に低い値となった。No4 は線径が細いた め中心部分まで内部酸化し硬度、引張強さ、導電 率は高い値を示したが、伸びが低い値となった。

上記のように、所望形状に加工したのち内部酸化する健来の方法では、内部酸化に長時間を要するので大型品は実用化が困難であり、小型品でも生産性が劣り、しかも伸びが低い等特性的にも劣るものである。

本発明方法品のうちNo 1 は内部酸化時間を短く して内部酸化しない部分を残したので、ほぼ完全 に内部酸化したNo 2 に較べて硬度、引張強さ、導 電率が低く、伸びが高い値を示している。

#### 【効果】

以上述べたように本発明方法によれば、特性に

1 2

導動車 JACS% 2 6 9 5 9 事び Ж kg / mg² 政策\* 100 (年日) 0.123 内部酸化層の硬度。 0.48 ऋ 盔 10 記る 鹤 盘 松 被厚入社務發展 0.25 5.0 ę 本発明力效品 比 数 力铁品 籔 45

11

優れた所望形状の内部酸化網合金材を低コストで 製造し得るので、工築上顕著な効果を奏する。

特許出願人

古河電気工業株式会社